

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 05-327398  
(43)Date of publication of application : 10.12.1993

(51)Int. Cl. H03H 9/25  
C30B 25/18  
C30B 29/38

(21)Application number : 04-187877 (71)Applicant : ASAHI CHEM IND CO LTD  
(22)Date of filing : 15.07.1992 (72)Inventor : KAYA TATSUYOSHI  
SHIBATA YOSHIHIKO  
TAKAHASHI HIROSHI

## (30)Priority

Priority	03176773	Priority	17.07.1991	Priority	JP
number :	03267533	date :	16.10.1991	country :	JP
	04 60793		18.03.1992		JP

## (54) PIEZOELECTRIC THIN FILM

## (57)Abstract:

PURPOSE: To select any arbitrary central frequency and temperature characteristic by setting the density of oxygen contained in an AlN thin film on a sapphire board and the crystallization of the thin film lower than specified value.

CONSTITUTION: The density of oxygen contained in the AlN thin film on the sapphire board is made less than 1%, and the crystallization of the thin film is set less than 0.50°. Thus, the temperature characteristic of the propagating velocity of surface acoustic waves (SAW) on the thin film is accurately controlled, and the piezoelectric thin film for a SAW device is obtained to enable to select any arbitrary central frequency and temperature characteristic. In this case, it is desirable that the sapphire board is a sapphire (110) board, the surface of the AlN thin film parallel to the board is a (001) surface or sapphire (110) or (001) and the surface of the AlN thin film is the (001).

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 08.03.1999

[Date of sending the examiner's  
decision of rejection] 10.07.2001

[Kind of final disposal of application  
other than the examiner's decision of  
rejection or application converted  
registration]

[Date of final disposal for  
application]

[Patent number] 3327952

[Date of registration] 12.07.2002

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]	2001-14077
[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]	09. 08. 2001
[Date of extinction of right]	

【物件名】

資料第3号

【添付書類】



203

資料第3号

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平5-327398

(43) 公開日 平成5年(1993)12月10日

(51) Int. Cl.

種別記号

F I

H03H 9/26

C 7259-5J

C30B 25/18

9040-4G

29/38

C 7821-4G

審査請求 未請求 請求項の数4 (全14頁)

(21) 出願番号 特願平4-187877

(22) 出願日 平成4年(1992)7月15日

(31) 優先権主張番号 特願平3-176773

(32) 優先日 平3(1991)7月17日

(33) 優先権主張国 日本(J P)

(31) 優先権主張番号 特願平3-267533

(32) 優先日 平3(1991)10月16日

(33) 優先権主張国 日本(J P)

(31) 優先権主張番号 特願平4-60793

(32) 優先日 平4(1992)3月18日

(33) 優先権主張国 日本(J P)

(71) 出願人 000000033

旭化成工業株式会社

大阪府大阪市北区堂島浜1丁目2番6号

(72) 発明者 嘉屋 樹佳

神奈川県川崎市川崎区夜光1丁目3番1号

旭化成工業株式会社内

(72) 発明者 柴田 佳彦

神奈川県川崎市川崎区夜光1丁目3番1号

旭化成工業株式会社内

(72) 発明者 高橋 洋

神奈川県川崎市川崎区夜光1丁目3番1号

旭化成工業株式会社内

(54) 【発明の名称】 圧電体薄膜

(57) 【要約】

【目的】 任意の温度特性を選択できるA1NからなるSAWデバイス用圧電体薄膜を提供することにある。

【構成】 サファイア基板とサファイア基板上の配向したA1N薄膜からなる積層基板において、該薄膜中に含まれる酸素濃度が1%以下であり、かつ該薄膜の結晶性が0.50°以下であることを特徴とする圧電体薄膜。

(2)

特開平5-327398

2

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 サファイア基板とサファイア基板上のAlN薄膜とからなる積層基板において、該薄膜中に含まれる酸素濃度が1%以下であり、かつ該薄膜の結晶性が $0.50^\circ$ 以下であることを特徴とする圧電体薄膜。

【請求項2】 サファイア基板がサファイア(012)基板であり、該基板に平行なAlN薄膜の面が(110)面であることを特徴とする請求項1に記載の圧電体薄膜。

【請求項3】 サファイア基板がサファイア(001)基板であり、該基板に平行なAlN薄膜の面が(001)面であることを特徴とする請求項1に記載の圧電体薄膜。

【請求項4】 サファイア基板がサファイア(110)基板であり、該基板に平行なAlN薄膜の面が(001)面であることを特徴とする請求項1に記載の圧電体薄膜。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明はSAWフィルター、SAW共振子、SAWセンサーなどSAWデバイスに用いられる圧電体薄膜に関するものである。

$$F_0 = V_s / \lambda$$

任意の $F_0$ を得るためには図5、図6に従い、決定してやれば良い。しかし、SAWデバイスの特性のうち、中心周波数の温度特性についてはこれまで再現性が得られず、制御方法が無かった。温度特性と $kH$ の関係については、たとえば、1975 IEEE Ultrason. Symp., P. 234 (1975)、1978 IEEE Ultrason. Symp., P. 598 (1978)などに報告が見られ、御子柴らのMOCVD法によるIEEE Trans. on Sonics and Ultrason., su-32 P. 634 (1985)における報告ではAlN薄膜中の酸素濃度を限定することにより零温度係数を実現できることが示されている。しかし、これらの報告による知見は再現性に乏しく、また明確な傾向と言うには至っていなかった。

【0005】 従って、温度特性を $kH$ によって制御する方法はこれまで無かったというのが現状であり、このことがAlN薄膜をSAWデバイス用基板として用いる上での大きな障害になっていた。

## 【0006】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は、任意の中心周波数、温度特性を選択できるAlNからなるSAWデバイス用圧電体薄膜を提供することにある。

## 【0007】

【課題を解決するための手段】 本発明は、以下のとおりである。

1. サファイア基板とサファイア基板上のAlN薄膜と

## 【0002】

【従来の技術】 窒化アルミニウム(AlN)は高い絶縁性(バンドギャップは6.2 eV)を有する圧電性膜である。その高い絶縁性を利用してIII-V族化合物半導体のバッシペーション膜としての応用が考えられている。また、弾性表面波(Surface Acoustic Wave、以下SAWと略する)の伝搬速度(以下 $V_s$ と略する)が圧電体の中で最も大きいことから高周波領域のSAWフィルターに代表されるSAWデバイスとしての応用が期待されている。

【0003】 SAWフィルターにおける中心周波数、挿入損失、温度特性その他フィルター特性はSAWの伝搬特性と圧電体上に構成される極型電極パターン(Inter Digital Transducer、以下IDTと略する)によって決定される。弾性表面波の速度と弾性表面波の波長で規格化されたAlN薄膜の膜厚 $[kH]$ 、ここで $k=2\pi/\lambda$ ( $\lambda$ :弾性表面波の波長)、 $H$ はAlN薄膜の膜厚を示す)との間には図5、あるいは図6に示される関係が成立することは従来から知られている。

【0004】 SAWフィルターの中心周波数 $F_0$ は(1)式によって決定されるため、

$$(1)$$

からなる積層基板において、該薄膜中に含まれる酸素濃度が1%以下であり、かつ該薄膜の結晶性が $0.50^\circ$ 以下であることを特徴とする圧電体薄膜。

2. サファイア基板がサファイア(012)基板であり、該基板に平行なAlN薄膜の面が(110)面であることを特徴とする請求項1記載の圧電体薄膜。

3. サファイア基板がサファイア(001)基板であり、該基板に平行なAlN薄膜の面が(001)面であることを特徴とする請求項1記載の圧電体薄膜。

4. サファイア基板がサファイア(110)基板であり、該基板に平行なAlN薄膜の面が(001)面であることを特徴とする請求項1記載の圧電体薄膜。

【0008】 発明者らが鋭意検討を進めた結果、フィルターの中心周波数の温度特性に再現性が得られないのはAlN薄膜中の酸素濃度が一定しないこととAlN薄膜の結晶性の欠如によるものであることが明らかになった。AlN薄膜中への酸素の混入の原因は3通り考えられ、ひとつは成膜原料に含まれる酸素不純物の存在であり、ひとつは成膜雰囲気中に含まれる $O_2$ 、 $H_2O$ などが直接AlN薄膜に取り込まれることであり、もうひとつは成膜雰囲気中に含まれる $O_2$ 、 $H_2O$ が成膜原料と反応しAlN薄膜に取り込まれることである。

【0009】 特にMOCVD法の場合3番目の原因が重大であると考えられる。一般にMOCVD法等によってAlN薄膜を合成する際には、充分に成膜室を真空引きし室内及び配管に吸着した $O_2$ 、 $H_2O$ を除去した後に反応を開始するが、有機金属Alたとえばトリメチルア

(3)

特開平5-327398

3

ルミニウムのごとき物質はO、H、Oとの反応性が極めて高いためごくわずかな存在であってもAlN薄膜中の酸素の混入が生じてしまい、また成膜雰囲気中に含まれるO、H、O量のわずかなばらつきがAlN薄膜中の酸素混入量のばらつきにつながってしまっている。

【0010】AlN単結晶薄膜の結晶性が不均一になる原因は2通り考えられ、ひとつは酸素などの不純物がAlN膜中に固溶することであり、もうひとつは基板単結晶との物性不整合、即ち格子定数のずれ及び熱膨張係数の差によって生じた格子歪、応力歪である。特に、後者の原因についてはヘテロエピタキシー一般の問題点でありこれを解決することはAlN単結晶薄膜をSAWデバイスとして実用化していく上で重要である。

【0011】この問題に対して、特開平2-141495号公報、特開平2-153896号公報、特開平2-153897号公報においてサファイア基板とAlN薄膜との界面にバッファ層を介在させることによってAlN薄膜の結晶性を向上させる方法が開示されている。本発明にいたるためのAlN薄膜の合成法は、気相法による合成法が好ましい。特に、特開平2-276538号に開示されるような気相合成法、すなわちCVD法によるAlN薄膜の合成の際にサファイア基板近傍の温度勾配を最適化なるべく、すなわち原料ガスから生成する付加生成物が直接基板に到達できるような基板から気相にかけて急峻な温度勾配にし、かつ付加生成物を気化せしめることができるように最適化なるべく2種類以上のキャリアガスを反応炉内に導入するよう気相合成法によることが好ましく、さらに前に述べた酸素の混入の問題を解決するために成膜原料としてハライド系アルミニウムを用いることが好ましい。このような気相合成法に前述したサファイア基板とAlN薄膜との界面にバッファ層を介在させる方法を組み合わせることは本発明の実施にあたって好ましい態様である。この場合、図7に示すごとくAlN薄膜の結晶性がAlN薄膜の膜厚と相関を持っていることが好ましく、著しくこの相関性から外れる場合については本発明には至らない。図7

$$\tau = \{ (V_T - V_{TS}) / V_{TS} \} \times 10^4 \quad (1)$$

ただし、 $V_T$ はT℃、 $V_{TS}$ は25℃における弾性表面波の伝搬速度(m/s)である。

【0014】

【実施例】次に、実施例により本発明をさらに詳細に説明する。図8にこの発明を実施するのに適した装置の概要を示す。尚、AlN薄膜の膜厚測定はOptical multichannel analyzer (E G & G PRINCETON APPLIED RESEARCH社製)を用いた多波長分光型光束干渉測光法により行った。

【0015】

単結晶基板

4

のような相関性は特開平2-276538号に開示される気相合成法において基板温度、反応圧力、反応雰囲気等を最適化することによって得られるのである。特に下記に定議するようなAlN薄膜中の酸素濃度が1%以下であることと、結晶性が0.50°以下であることは必須である。更に好ましくは結晶性が0.40°以下である。ここで、AlN薄膜中の酸素濃度の測定はオージェ電子分光法を用いた深さ方向分析によっている。以下にその定量方法について説明する。

①標準物質(サファイア基板)の測定からOのAlに対する相対感度係数を求める。

②AlN薄膜試料の高感度での深さ方向プロファイルと、①で求めた相対感度係数からAlN薄膜試料中のOとAlの比を求める。

③AlのAlN薄膜試料中の濃度を50at.%であると仮定して、②の値からAlN薄膜試料中のOの絶対濃度を算出する。

ここで、用いた測定装置と測定条件を示す。

【0012】

装置 : JAMP-7100 [日本電子(株)製]

加速電圧 : 3kV

照射電流 : 30nA (通常測定)、150nA (高感度測定)

試料傾斜 : 75°

分析領域 : 300μm×60μm

積算時間 : 256ms (通常測定)、1024ms (高感度測定)

Ar<sup>+</sup>イオン加速電圧 : 3kV

また、AlN薄膜の結晶性の評価にはX線ロックインカーブの半値幅をもって行っている。発散スリット及び散乱スリットには1/6°のものを用い、受光スリットには0.3mmのものを用いている。尚、測定は理学電機(株)製RAD-IIIAを用いて行った。

【0013】 $\tau$  (ppm/℃)は(1)式によって算出される。

【実施例1】図8の装置を用い、CVD法により本発明の実施を行う。アルミニウム金属の蒸発源としてAlC<sub>3</sub>を用い、ステンレス容器に充填した後恒温槽に入れ所定の温度において加熱され蒸気圧を得る。蒸気源としては99.9995vol%のジシランガスを用いる。キャリアガスとして99.9995vol%のN<sub>2</sub>と99.9999vol%のH<sub>2</sub>との混合ガスを用い、基板加熱支持台にはグラファイトの円板を用い、高周波誘導波加熱によって局所加熱される。以下実施にあたって使用した条件を列記する。

【0016】

サファイアR面

(4)

特開平5-327398

5

6

<u>AlCl<sub>3</sub> 保持温度</u>	140℃
<u>AlCl<sub>3</sub> 供給ガス量</u>	20 sccm
<u>アンモニア供給量</u>	5 sccm
<u>キャリアガス量</u>	N <sub>2</sub> 420 sccm
	H <sub>2</sub> 55 sccm
反応圧力	60 torr
反応前圧力	$1 \times 10^{-1}$ torr

以上の条件を用い、基板温度と反応時間を変えてAlN薄膜の合成を行い、得られたAlN薄膜の膜厚とAlN薄膜中の酸素濃度とAlN薄膜の結晶性については表1にまとめた。

【0017】これらの膜は合成後、ダイヤモンドペーストにより表面を鏡面研磨しフォトリソグラフィプロセスにより櫛型電極 (inter Digital Transducer, 以下IDTと略する) を構成した。Vsの温度特性 $\tau$ を求めるためのIDTは8種類有り、すべて正規型電極で、電極指の対数は入力・出力ともに6.4対とし、波長( $\lambda$ )は

$$\tau = -84.61 (\text{kHz})^{-0.5} + 36.27 \quad (2)$$

この曲線からのずれは最大でも0.21 ppm/℃であり、(2)式によって $\tau$ が制御されたことを示している。

【0018】

【比較例1】実施例1に用いたものと同様の装置を用い、CVD法により下記に示した条件で行った。尚、比較例1のNo. 1、No. 2においては窒素源として99.99 vol %のアンモニアガス、キャリアガスには99.9995 vol %の窒素ガスを用いた。比較例1のNo. 3においては99.9995 vol %のアンモニアガス、99.9995 vol %の窒素ガスを用いた。また、比較例1のNo. 3における反応前圧力は実施例1と同じ $1 \times 10^{-1}$  torrである。

【0019】

単結晶基板	サファイアR面
<u>AlCl<sub>3</sub> 保持温度</u>	150℃
<u>AlCl<sub>3</sub> 供給ガス量</u>	25 sccm
<u>アンモニア供給量</u>	5 sccm
<u>キャリアガス量</u>	470 sccm
反応圧力	100 torr

単結晶基板	サファイアC面
<u>AlCl<sub>3</sub> 保持温度</u>	140℃
<u>AlCl<sub>3</sub> 供給ガス量</u>	20 sccm
<u>アンモニア供給量</u>	5 sccm
<u>キャリアガス量</u>	N <sub>2</sub> 420 sccm
	H <sub>2</sub> 55 sccm
反応圧力	55 torr
反応前圧力	$1 \times 10^{-1}$ torr

以上の条件を用い、基板温度と反応時間を変えてAlN薄膜の合成を行い、得られたAlN薄膜の膜厚と結晶性及びAlN薄膜中の酸素濃度については表5にまとめた。

6  $\mu\text{m}$ 、8  $\mu\text{m}$ 、10  $\mu\text{m}$ の3通りとした。これらのIDTにより表1のサンプルのSAWフィルター特性を評価し、Vsの温度特性 $\tau$ を求めた。その結果を表2にまとめた。尚、SAWフィルター特性の測定には横河・ヒューレット・パッカード(株)製ネットワークアナライザ HP 8510Bを用い、カスケードマイクロテック(株)製プローブによって行った。尚、弾性表面波の伝搬方向がサファイアR面のc軸投影線と平行になるようにIDTを形成した。これらの結果を図1にプロットした。 $\tau$ は(2)式によって示され、

$$\text{反応前圧力} \quad 1 \times 10^{-1} \text{ torr}$$

以上の条件を用い、基板温度と反応時間を変えてAlN薄膜の合成を行い、得られたAlN薄膜の膜厚と結晶性及びAlN薄膜中の酸素濃度については表3にまとめた。

【0020】これらの膜は実施例1と同様な研磨処理を施され、実施例1と同様なIDTによってSAWフィルター特性を評価し、 $\tau$ を求めた。その結果は表4にまとめ、図9にプロットした。表4、図9より明らかなように、比較例によって得られたAlN薄膜上の $\tau$ は本発明において(2)式で示される曲線からのずれが大きく、少なくとも1.00 ppm/℃を超えている。この結果からAlN薄膜中の酸素濃度が1%以下、かつAlN薄膜の結晶性が0.50°以下であることを満足しない場合には、(2)式で示されるkHzと $\tau$ の相関性に必ずしもフィットしないことが示される。

【0021】

【実施例2】単結晶基板にサファイアC面を用いる他は実施例1と同様な方法によってAlN薄膜を合成した。以下実施にあたって使用した条件を列記する。

単結晶基板	サファイアC面
<u>AlCl<sub>3</sub> 保持温度</u>	140℃
<u>AlCl<sub>3</sub> 供給ガス量</u>	20 sccm
<u>アンモニア供給量</u>	5 sccm
<u>キャリアガス量</u>	N <sub>2</sub> 420 sccm
	H <sub>2</sub> 55 sccm
反応圧力	55 torr
反応前圧力	$1 \times 10^{-1}$ torr

【0022】これらの膜は合成後、実施例1と同様な方法によってSAWフィルター特性を評価し、Vsの温度特性 $\tau$ を求め、その結果を表6にまとめた。尚、弾性表面波の伝搬方向はサファイアC面のa軸と平行になる

50

(5)

特開平5-327398

7

ようにIDTを形成した。表6の結果を図2にプロット  
 $\tau_s = 7.42 \text{ (kHz)} - 70.70$   
 この直線からのずれは最大でも0.62ppm/℃であ  
 り、(3)式によって $\tau_s$ が制御されたことを示してい  
 る。

【0023】

【比較例2】実施例2に用いたものと同様の装置を用  
 い、CVD法により下記に示す条件で行った。尚、比較  
 例2のNo. 1、No. 2においては窒素源として9  
 9.99vol %のアンモニアガス、キャリアガスには9  
 9.9995vol %の窒素ガスを用いた。比較例2のN  
 o. 3においては99.9995vol %のアンモニアガ  
 ス、99.99995vol %の窒素ガスを用いた。ま  
 た、比較例2のNo. 3における反応前圧力は実施例2  
 と同様 $1 \times 10^{-1} \text{ torr}$ である。

【0024】

単結晶基板	サファイアC面
AlCl <sub>3</sub> 、保持温度	150℃
AlCl <sub>3</sub> 、供給ガス量	25 sccm
アンモニア供給量	5 sccm
キャリアガス量	470 sccm
反応圧力	95 torr

単結晶基板	サファイアA面
AlCl <sub>3</sub> 、保持温度	140℃
AlCl <sub>3</sub> 、供給ガス量	20 sccm
アンモニア供給量	5 sccm
キャリアガス量	N <sub>2</sub> 425 sccm H <sub>2</sub> 50 sccm
反応圧力	50 torr
反応前圧力	$1 \times 10^{-1} \text{ torr}$

以上の条件を用い、基板温度と反応時間を変えてAlN  
 薄膜の合成を行い、得られたAlN薄膜の膜厚と結晶性  
 及びAlN薄膜中の酸素濃度については表9にまとめ  
 た。

【0027】これらの膜は合成後、実施例1と同様な方  
 法によってSAWフィルター特性を評価し、25℃にお  
 けるSAWの伝搬速度 $V_s$ と $V_s$ の温度特性 $\tau_s$ をSA  
 Wの伝搬方向が<1, -1, 0>AlNと<1, 1, 0  
 >AlNの2通りの場合について求めた。その結果を<

$$\tau_s = -57.05 \text{ (kHz)}^{-0.000000} + 7.109 \quad (4)$$

この直線からのずれは最大でも0.9ppm/℃であ  
 り、(4)式によって $\tau_s$ が制御されたことを示してい  
 る。

$$\tau_s = -48.44 \text{ (kHz)}^{-0.000000} + 0.4210 \quad (5)$$

この直線からのずれは最大でも0.7ppm/℃であ  
 り、(5)式によって $\tau_s$ が制御されたことを示してい  
 る。

【0030】

【比較例3】実施例3に用いたものと同様の装置を用  
 い、CVD法により下記に示す条件で行う。尚、比較例

8

した。 $\tau_s$ は(3)式によって示され、

(3)

反応前圧力  $1 \times 10^{-1} \text{ torr}$

以上の条件を用い、基板温度と反応時間を変えてAlN  
 薄膜の合成を行い、得られたAlN薄膜の膜厚と結晶性  
 及びAlN薄膜中の酸素濃度については表7にまとめ  
 た。

【0025】これらの膜は実施例2と同様な研磨処理を  
 施され実施例2と同様なIDTによってSAWフィルタ  
 ー特性を評価し、 $\tau_s$ を求めた。その結果は表8にまと  
 め、図10にプロットした。表8、図10より明らかな  
 ように比較例2によって得られたAlN薄膜上の $\tau_s$ は  
 (3)式で示される直線からのずれが大きく、少なくと  
 も1.00ppm/℃を越えている。この結果からAl  
 N薄膜中の酸素濃度が1%以下、かつAlN薄膜の結晶  
 性が0.50°以下であることを満足しない場合には、  
 (3)式で示されるkHzと $\tau_s$ の相関性に必ずしもフィ  
 ットしないことが示される。

【0026】

【実施例3】単結晶基板にサファイアA面を用いる他は  
 実施例1と同様な方法によってAlN薄膜を合成した。  
 以下実施にあたって使用した条件を列記する。

単結晶基板	サファイアA面
AlCl <sub>3</sub> 、保持温度	140℃
AlCl <sub>3</sub> 、供給ガス量	20 sccm
アンモニア供給量	5 sccm
キャリアガス量	N <sub>2</sub> 425 sccm H <sub>2</sub> 50 sccm
反応圧力	50 torr
反応前圧力	$1 \times 10^{-1} \text{ torr}$

1、-1、0>AlNについては表10に、<1、1、  
 0>AlNについては表11にまとめた。

【0028】SAWの伝搬速度 $V_s$ の結果を<1、-  
 1、0>AlNについては図11に、<1、1、0>A  
 lNについては図12にプロットした。温度特性 $\tau_s$ の  
 結果を1、-1、0>AlNについては図3に、<1、  
 1、0>AlNについては図4にプロットした。<1、  
 -1、0>AlNの場合、 $\tau_s$ は(4)式によって示さ  
 れ、

$$\tau_s = -57.05 \text{ (kHz)}^{-0.000000} + 7.109 \quad (4)$$

【0029】<1、1、0>AlNの場合、 $\tau_s$ は  
 (5)式によって示され、

$$\tau_s = -48.44 \text{ (kHz)}^{-0.000000} + 0.4210 \quad (5)$$

3のNo. 1、No. 2においては窒素源として99.  
 99vol %のアンモニアガス、キャリアガスには99.  
 9995vol %の窒素ガスを用いた。比較例3のNo.  
 3においては99.9995vol %のアンモニアガス、  
 99.99995vol %の窒素ガスを用いた。また、比  
 較例3のNo. 3における反応前圧力は実施例3と同様

50

(6)

特開平5-327398

9

10

 $1 \times 10^{-1}$  torrである。

【0031】

単結晶基板 サファイアC面

AlCl<sub>3</sub>, 保持温度 150℃AlCl<sub>3</sub>, 供給ガス量 25 sccm

アンモニア供給量 5 sccm

キャリアガス量 470 sccm

反応圧力 100 torr

反応前圧力  $1 \times 10^{-1}$  torr

以上の条件を用い、基板温度と反応時間を変えてAlN 10  
薄膜の合成を行い、得られたAlN薄膜の膜厚と結晶性  
及びAlN薄膜中の酸素濃度については表12にまとめ  
た。

【0032】これらの膜は実施例3と同様な研磨処理を  
施され、実施例3と同様なIDTによってSAWフィル  
ター特性を評価し、 $\tau_c$ を求めた。その結果は<1、-  
1、0>AlNの場合を表13に、<1、1、0>Al  
Nの場合を表14にまとめ、それぞれ図13、図14に

プロットした。<1、-1、0>AlNの場合、表1  
3、図13より明らかなように、比較例3によって得ら  
れたAlN薄膜上の $\tau_c$ は(4)式で示される曲線から  
のずれが大きく、少なくとも1.00 ppm/℃を超え  
ている。この結果からAlN薄膜中の酸素濃度が1%以  
下、かつAlN薄膜の結晶性が0.50°以下であるこ  
とを満足しない場合には(4)式で示される $kH$ と $\tau_c$   
の相関性に必ずしもフィットしないことが示される。<  
1、1、0>AlNの場合においても、表14、図14  
より明らかなように比較例3によって得られたAlN薄  
膜上の $\tau_c$ は(5)式で示される曲線からのずれが大き  
く、少なくとも1.00 ppm/℃を超えている。この  
結果からAlN薄膜の酸素濃度が1%以下、かつAlN  
薄膜の結晶性が0.50°以下であることを満足しない  
場合には(5)式で示される $kH$ と $\tau_c$ の相関性に必ず  
しもフィットしないことが示される。

【0033】

【表1】

No	基板温度	反応時間	膜厚	酸素濃度	結晶性
1	1250℃	30分	1.59 $\mu$ m	0.7%	0.36°
2	1290	60	3.02	0.8	0.28
3	1270	80	4.11	0.5	0.27
4	1230	100	5.09	0.6	0.26
5	1260	90	6.13	0.7	0.24

【0034】

【表2】



(7)

特開平5-327398

12

11

No	kH	r. (ppm/°C)
1	0.999	-48.58
2	1.249	-43.81
3	1.665	-38.00
4	1.898	-35.77
5	2.372	-31.59
6	2.582	-30.00
7	3.163	-27.11
8	3.198	-26.57
9	3.228	-26.21
10	3.851	-23.91
11	3.998	-23.29
12	4.304	-22.21
13	4.814	-19.99
14	5.330	-19.11
15	5.419	-16.71

[0035]

[表3]

No	基板温度	反応時間	膜厚	酸素濃度	結晶性
1	1290°C	30分	1.37 μm	2.0%	0.86°
2	1230	50	2.66	1.8	0.38
3	1210	90	4.85	0.9	0.74

[0036]

[表4]

No	kH	r. (ppm/°C)
1	0.851	-44.11
2	1.075	-35.89
3	1.435	-45.22
4	1.571	-42.10
5	2.089	-45.21
6	2.788	-35.51
7	2.922	-27.00
8	3.552	-21.51
9	4.888	-23.44

50 [0037]

(8)

特開平5-327398

13

14

[表5]

No	基板温度	反応時間	膜厚	酸素濃度	結晶性
1	<u>1290℃</u>	30分	1.12 $\mu\text{m}$	0.7%	0.28*
2	<u>1270</u>	60	2.90	0.6	0.30
3	<u>1250</u>	80	3.14	0.8	0.30
4	<u>1250</u>	50	2.72	0.5	0.28

[0038]

[0039]

[表6]

[表7]

No	kH	$r. (DDM/^\circ\text{C})$
1	0.704	-85.98
2	0.880	-84.04
3	1.172	-81.38
4	1.709	-88.20
5	1.822	-57.20
6	1.973	-56.11
7	2.136	-54.91
8	2.278	-53.89
8	2.466	-52.48
10	2.848	-49.72
11	3.037	-47.68
12	3.288	-46.54

No	基板温度	反応時間	膜厚	酸素濃度	結晶性
1	<u>1290℃</u>	30分	1.21 $\mu\text{m}$	2.1%	0.82*
2	<u>1230</u>	50	2.36	1.7	0.39
3	<u>1200</u>	90	3.22	0.9	0.78

[0040]

[表8]

(9)

特開平5-327398

15

16

No	kH	$r_s$ (ppm/°C)
1	0.760	-55.02
2	0.950	-58.81
3	1.267	-58.12
4	1.483	-64.44
5	1.854	-48.55
6	2.023	-60.00
7	2.471	-60.15
8	2.529	-49.98
9	3.372	-50.13

[0041]  
[表9]

No	基板温度	反応時間	膜厚	酸素濃度	結晶性
1	1240°C	30分	1.30 $\mu$ m	0.7%	0.22°
2	1290	60	2.62	0.6	0.24
3	1260	120	6.09	0.8	0.23
4	1270	30	1.33	0.5	0.22
5	1250	50	3.57	0.6	0.25
6	1230	150	4.92	0.5	0.24

[0042]

[表10]

No	kH	$r_s$ (ppm/°C)	$V_s$ (m/s)
1	0.817	-55.22	5734
2	1.021	-50.11	5736
3	1.361	-42.57	5751
4	1.646	-38.05	5724
5	2.058	-32.98	5731
6	2.744	-29.29	5749
7	3.826	-23.83	5773
8	4.783	-20.64	5765
9	6.377	-15.78	5748

[0043]

[表11]

(10)

特開平5-327398

17

18

No	kH	$\tau$ (ppm/°C)	$V_s$ (m/s)
1	0.836	-52.11	5860
2	1.044	-47.50	5851
3	1.392	-40.95	5836
4	2.243	-32.01	5775
5	2.803	-27.85	5725
6	3.081	-27.01	5748
7	3.738	-24.55	5732
8	3.864	-24.19	5729
9	5.152	-21.32	5698

【0044】

【表12】

No	基板温度	反応時間	膜厚	酸素濃度	結晶性
1	1230°C	60分	2.56 $\mu$ m	3.1%	0.78°
2	1290	120	5.77	0.9	0.68
3	1260	50	2.38	2.8	0.84
4	1240	120	5.98	0.9	0.77

【0045】

【表13】

No	kH	$\tau$ (ppm/°C)
1	1.508	-49.84
2	2.010	-60.01
3	2.681	-32.26
4	3.626	-35.67
5	4.532	-40.18
6	5.042	-28.50

【0046】

【表14】

30

No	kH	$\tau$ (ppm/°C)
1	1.495	-37.11
2	1.869	-43.21
3	2.492	-53.64
4	3.757	-48.26
5	4.697	-22.88
6	6.262	-20.99

【0047】

【発明の効果】本発明によるサファイア基板上のAlN薄膜を用いれば、該薄膜上の弾性表面波の伝搬速度の温度特性が精度良く制御されたSAWデバイスを得ることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】実施例1のサファイアR面上AlN薄膜上におけるSAW速度の温度特性 $\tau$ とkHの関係を示すグラフ図である。

50 【図2】実施例2のサファイアC面上AlN薄膜上にお

(11)

特開平5-327398

19

けるSAW速度の温度特性 $\tau$ 、と $kH$ の関係を示すグラフ図である。

【図9】実施例3のサファイアA面上AlN薄膜上における $\langle 1, -1, 0 \rangle$  AlN方向のSAW速度の温度特性 $\tau$ 、と $kH$ の関係を示すグラフ図である。

【図4】実施例3のサファイアA面上AlN薄膜上における $\langle 1, 1, 0 \rangle$  AlN方向のSAW速度の温度特性 $\tau$ 、と $kH$ の関係を示すグラフ図である。

【図5】サファイアR面上AlN薄膜上のSAW速度と $kH$ の関係を示すグラフ図である。

【図6】サファイアC面上AlN薄膜上のSAW速度と $kH$ の関係を示すグラフ図である。

【図7】サファイアR面上のAlN薄膜の結晶性とAlN膜厚の関係を示すグラフ図である。

【図8】本発明に用いる合成装置の概略図である。

【図9】比較例1のサファイアR面上AlN薄膜上におけるSAW速度の温度特性 $\tau$ 、と $kH$ の関係を示すグラフ図である。

【図10】比較例2のサファイアC面上AlN薄膜上におけるSAW速度の温度特性 $\tau$ 、と $kH$ の関係を示すグラフ図である。

【図11】実施例3のサファイアA面上AlN薄膜上に

20

おける $\langle 1, -1, 0 \rangle$  AlN方向のSAW速度の温度特性 $\tau$ 、と $kH$ の関係を示すグラフ図である。

【図12】実施例3のサファイアA面上AlN薄膜上における $\langle 1, 1, 0 \rangle$  AlN方向のSAW速度の温度特性 $\tau$ 、と $kH$ の関係を示すグラフ図である。

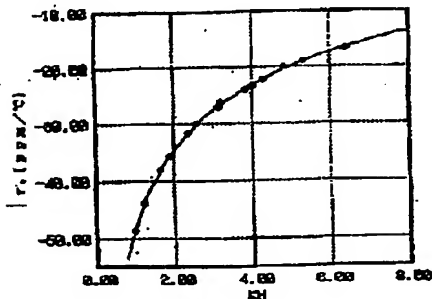
【図13】比較例3のサファイアA面上AlN薄膜上における $\langle 1, -1, 0 \rangle$  AlN方向のSAW速度の温度特性 $\tau$ 、と $kH$ の関係を示すグラフ図である。

【図14】比較例3のサファイアA面上AlN薄膜上における $\langle 1, 1, 0 \rangle$  AlN方向のSAW速度の温度特性 $\tau$ 、と $kH$ の関係を示すグラフ図である。

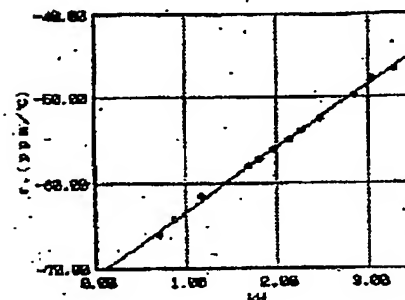
【符号の説明】

1. AlCl<sub>3</sub>、気化容器
2. アンモニアガス導入口
3. サセプター
- 4, 5. 希釈ガス導入口
6. 高周波誘導加熱コイル
7. 冷却水
8. ヒーター
9. サファイア基板
10. 排気口

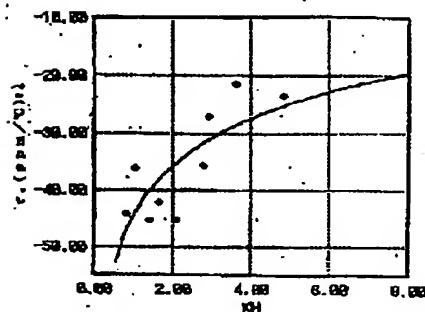
【図1】



【図2】



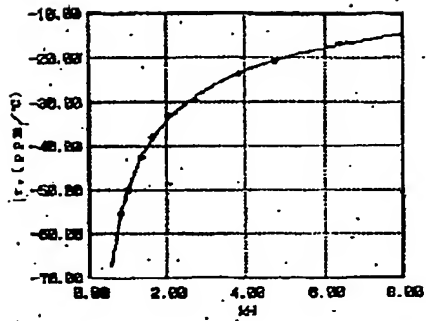
【図9】



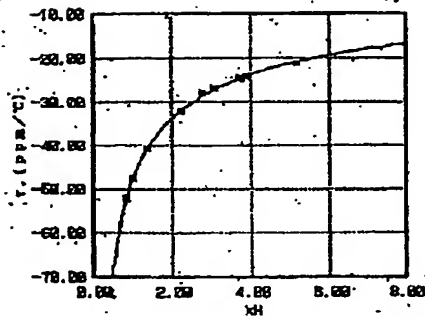
(12)

特開平5-327398

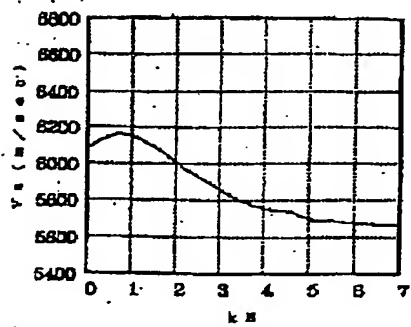
【図3】



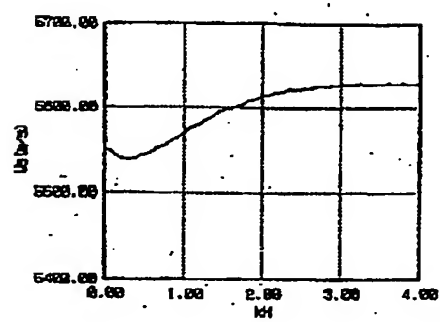
【図4】



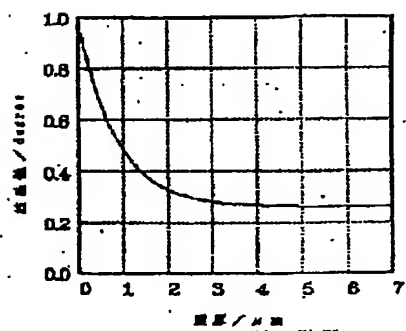
【図5】



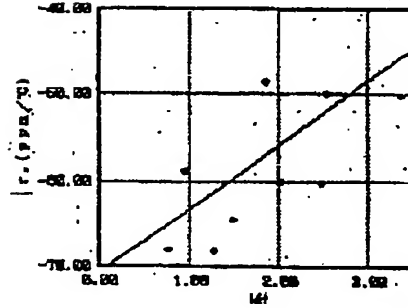
【図6】



【図7】



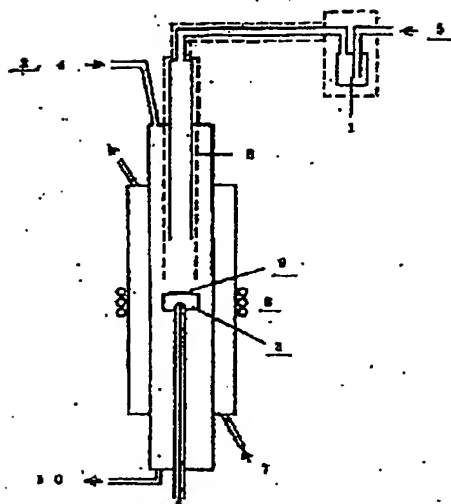
【図10】



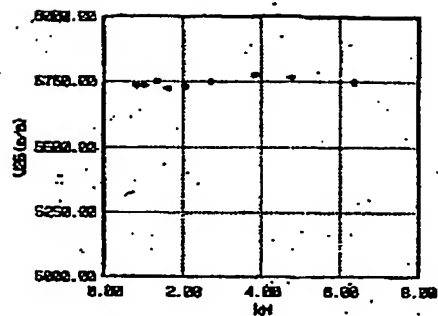
(13)

特開平5-327398

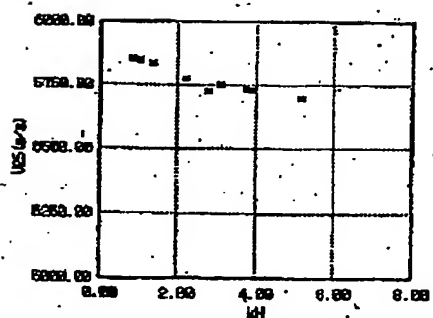
【図8】



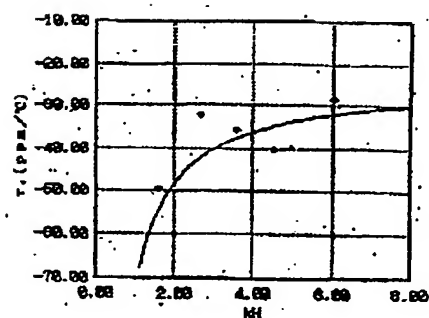
【図11】



【図12】



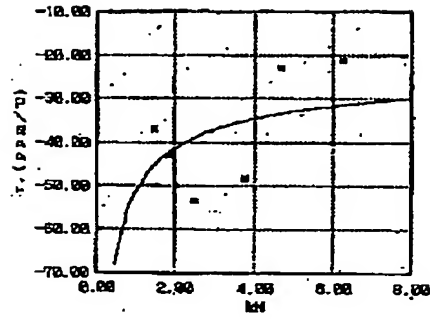
【図13】



(14)

特開平5-327398

【図14】





\* NOTICES \*

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

---

CLAIMS

---

[Claim(s)]

[Claim 1] The piezo electric crystal thin film characterized by for the oxygen density contained in this thin film being 1% or less in the laminated circuit board which consists of an AlN thin film on silicon on sapphire and silicon on sapphire, and the crystallinity of this thin film being 0.50 degrees or less.

[Claim 2] The piezo electric crystal thin film according to claim 1 characterized by for silicon on sapphire being a sapphire (012) substrate, and the field of an AlN thin film parallel to this substrate being a field (110).

[Claim 3] The piezo electric crystal thin film according to claim 1 characterized by for silicon on sapphire being a sapphire (001) substrate, and the field of an AlN thin film parallel to this substrate being a field (001).

[Claim 4] The piezo electric crystal thin film according to claim 1 characterized by for silicon on sapphire being a sapphire (110) substrate, and the field of an AlN thin film parallel to this substrate being a field (001).

---

[Translation done.]

\* NOTICES \*

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

DETAILED DESCRIPTION

---

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Industrial Application] This invention relates to the piezo electric crystal thin film used for SAW devices, such as an SAW filter, a SAW resonator, and a SAW sensor.

[0002]

[Description of the Prior Art] Aluminum nitride (AlN) is piezoelectric film which has high insulation (a band gap is 6.2eV). The application as passivation film of an III-V group compound semiconductor is considered using the high insulation. Moreover, since the velocity of propagation (it omits Following Vs) of a surface acoustic wave (it omits Surface Acoustic Wave and Following SAW) is the largest in a piezo electric crystal, the application as a SAW device represented by the SAW filter of a high frequency field is expected.

[0003] The center frequency in an SAW filter, an insertion loss, and the temperature characteristic and other filter shapes are determined by the tandem-type electrode pattern (it omits Inter Digital Transducer and Following IDT) constituted on the propagation property of SAW, and a piezo electric crystal. Between the thickness  $[k=2\pi/\lambda \text{ (}\lambda \text{; wavelength of a surface acoustic wave) and } H \text{ show the thickness of an AlN thin film } kH \text{ and here}]$  of the AlN thin film standardized on the rate of a surface acoustic wave, and the wavelength of a surface acoustic wave, it is known from the former that the relation shown in drawing 5 or drawing 6 will be materialized.

[0004] Center frequency  $F_0$  of an SAW filter Since (1) type is determined  $F_0 = V_s/\lambda$  (1),  $F_0$  of arbitration What is necessary is just to determine according to drawing 5 and drawing 6, in order to obtain. However, about the temperature characteristic of center frequency, repeatability was not acquired among the properties of a SAW device until now, but there was no control approach. About the relation between the temperature characteristic and  $kH$ , it is 1975IEEE, for example. Ultrason.Symp., P.234 (1975), 1978IEEE A report is looked at by Ultrason.Symp., P.598 (1978), etc. IEEE by Mikoshiba's and others MOCVD method Trans.onSonics and Ultrason., su-32 It is shown by by limiting the oxygen density in an AlN thin film by the report in P.634 (1985) that a zero temperature coefficient is realizable. However, it has come to say the knowledge by these reports to repeatability as a clear inclination deficiently.

[0005] Therefore, the actual condition is that there was nothing to this, and the approach of controlling the temperature characteristic by  $kH$  had become a serious failure when this uses an AlN thin film as a substrate for SAW devices.

[0006]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] This invention is to offer the piezo electric crystal thin film for SAW devices which consists of AlN which can choose the center frequency of arbitration, and the temperature characteristic.

[0007]

[Means for Solving the Problem] This invention is as follows.

1. Piezo electric crystal thin film characterized by for oxygen density contained in this thin film being

1% or less in laminated circuit board which consists of AlN thin film on silicon on sapphire and silicon on sapphire, and crystallinity of this thin film being 0.50 degrees or less.

2. Piezo electric crystal thin film according to claim 1 characterized by for silicon on sapphire being sapphire (012) substrate, and field of AlN thin film parallel to this substrate being field (110).

3. Piezo electric crystal thin film according to claim 1 characterized by for silicon on sapphire being sapphire (001) substrate, and field of AlN thin film parallel to this substrate being field (001).

4. Piezo electric crystal thin film according to claim 1 characterized by for silicon on sapphire being sapphire (110) substrate, and field of AlN thin film parallel to this substrate being field (001).

[0008] As a result of artificers' advancing examination wholeheartedly, that it is what is depended on crystalline lack of the oxygen density of acquire [ by the temperature characteristic of a center of filter frequency / repeatability ] in an AlN thin film not being fixed and an AlN thin film became whether to be \*\*. Three kinds of causes of mixing of the oxygen to the inside of an AlN thin film are considered, one is existence of the oxygen impurity contained in a membrane formation raw material, one is that O<sub>2</sub> contained in a membrane formation ambient atmosphere, H<sub>2</sub> O, etc. are incorporated by the direct AlN thin film, and it is that O<sub>2</sub> contained in a membrane formation ambient atmosphere and H<sub>2</sub> O react with a membrane formation raw material, and another is incorporated by the AlN thin film.

[0009] Especially in the case of the MOCVD method, it is thought that the 3rd cause is serious. Although a reaction is started after removing O<sub>2</sub> which fully carried out vacuum suction of the membrane formation room, and stuck to the interior of a room and piping, and H<sub>2</sub> O in case an AlN thin film is generally compounded by the MOCVD method etc. An organic metal aluminum, for example, the matter like trimethylaluminum, O<sub>2</sub>, Dispersion with slight O<sub>2</sub> which mixing of the oxygen to the inside of an AlN thin film arises even if it is very slight existence, since reactivity with H<sub>2</sub> O is very high, and is contained in a membrane formation ambient atmosphere and amount of H<sub>2</sub> O had led to dispersion in the amount of oxygen mixing to the inside of an AlN thin film.

[0010] Two kinds of causes by which the crystallinity of an AlN single crystal thin film becomes an ununiformity are considered, one is that impurities, such as oxygen, dissolve in the AlN film, and another is the lattice strain and stress distortion which were produced according to the gap of physical-properties mismatching with a substrate single crystal, i.e., a lattice constant, and the difference of a coefficient of thermal expansion. It is the trouble of especially general hetero epitaxy [ cause / latter ], and it is important to solve this, when putting the AlN single crystal thin film in practical use as a SAW device.

[0011] The method of raising the crystallinity of an AlN thin film is indicated to this problem by making a buffer layer placed between the interfaces of silicon on sapphire and an AlN thin film in JP,2-141495,A, JP,2-153896,A, and JP,2-153897,A. The synthesis method of the AlN thin film for resulting in this invention has a desirable synthesis method by the gaseous-phase method. In order to optimize the temperature gradient near the silicon on sapphire in the case of composition of the AlN thin film by a vapor phase synthetic method which is especially indicated by Japanese Patent Application No. No. 276538 [ two to ], i.e., a CVD method Namely, apply to a gaseous phase from the substrate with which the addition product generated from material gas can reach a direct substrate, and it is made a steep temperature gradient. And it is desirable to be based on a vapor phase synthetic method which introduces two or more kinds of carrier gas in a reactor in order to optimize so that this addition product can be made to evaporate. In order to solve the problem of mixing of the oxygen furthermore described above, it is desirable to use halide system aluminum as a membrane formation raw material. It is a desirable mode in operation of this invention to combine the approach of making a buffer layer intervening with the interface of the silicon on sapphire and the AlN thin film which were mentioned above in such a vapor phase synthetic method. In this case, as shown in drawing 7 , it is desirable that the crystallinity of an AlN thin film has the thickness of an AlN thin film and correlation, and it does not result in this invention about the case where it separates from this functionality remarkably.

Functionality like drawing 7 is acquired by optimizing substrate temperature, reaction pressure, a reaction ambient atmosphere, etc. in the vapor phase synthetic method indicated by Japanese Patent Application No. No. 276538 [ two to ]. It is indispensable that the oxygen density in an AlN thin film

which is defined especially as the following is 1% or less, and that crystallinity is 0.50 degrees or less. Furthermore, crystallinity is 0.40 degrees or less preferably. Here, measurement of the oxygen density in an AlN thin film is based on the depth direction analysis which used Auger electron spectroscopy. The quantum approach is explained below.

\*\* Ask for the relative sensitivity coefficient to aluminum of O from measurement of the standard substance (silicon on sapphire).

\*\* Ask for the ratio of O and aluminum in an AlN thin film sample from the depth direction profile in the high sensitivity of an AlN thin film sample, and the relative sensitivity coefficient for which it asked by \*\*.

\*\* Compute the absolute concentration of O in an AlN thin film sample from the value of \*\*, assuming the concentration in the AlN thin film sample of aluminum to be 50at(s).%.

Here, the measuring device and Measuring condition which were used are shown.

[0012]

Equipment : ] by JAMP-7100[JEOL Co., Ltd.

Acceleration voltage : 3kV exposure current : 30nA (it usually measures), 150nA (high sensitivity measurement)

Sample dip : 75-degree analysis field : 300 micrometerx60-micrometer addition time amount : 256ms (it usually measures), 1024ms (high sensitivity measurement)

Ar+ Ion acceleration voltage : 3kV is carried out to crystalline assessment of an AlN thin film with the half-value width of an X-ray rocking curve again. The 0.3mm thing is used for the light-receiving slit at the divergent slit and the scattering slit using the 1/6-degree thing. In addition, measurement was performed using RAD-IIIA by Rigaku Corp.

[0013]  $\tau_{uv}$  (ppm/degree C) is computed by (1) type.

$\tau_{uv} = \{(VT - V25) / V25(T - 25)\} \times 106 \text{ (1)}$

However, VT T degrees C and V25 are the velocity of propagation (m/s) of the surface acoustic wave in 25 degrees C.

[0014]

[Example] Next, an example explains this invention to a detail further. The outline of the equipment suitable for carrying out this invention to drawing 8 is shown. in addition, the thickness measurement of an AlN thin film -- Optical multichannel the many wavelength which used analyzer (product made from EG&G PRINCETON APPLIED RESEARCH) -- a spectrum -- it carried out by the mold flux of light interference measuring-the strength of the light method.

[0015]

[Example 1] This invention is carried out with a CVD method using the equipment of drawing 8 . It is AlCl<sub>3</sub> as an evaporation source of an aluminum metal. After using and filling up a stainless steel container, it puts into a thermostat, and is heated in predetermined temperature, and vapor pressure is obtained. The ammonia gas of 99.9995vol(s) % is used as a nitrogen source. It is N<sub>2</sub> of 99.99995vol(s) % as carrier gas. H<sub>2</sub> of 99.99999vol(s) % Partial heating is carried out by RF induction wave heating at substrate heating susceptor using the disk of graphite using mixed gas. The conditions used in operation below are listed.

[0016]

A single crystal substrate The Rth page of sapphire AlCl<sub>3</sub> Retention temperature 140 degrees C AlCl<sub>3</sub> The amount of distributed gas 20sccm The ammonia amount of supply 5sccm(s) The amount of carrier gas N<sub>2</sub> 420sccm(s) H<sub>2</sub> 55sccm(s) Reaction pressure 60torr reaction forward pressure Using the conditions of 1x10 to 2 or more torrs, substrate temperature and reaction time were changed, the AlN thin film was compounded, and the thickness of the obtained AlN thin film, the oxygen density in an AlN thin film, and the crystallinity of an AlN thin film were summarized into a table 1.

[0017] After composition, these film carried out mirror polishing of the front face with diamond paste, and constituted the tandem-type electrode (it omits inter Digital Transducer and Following IDT) according to the photolithography process. Temperature characteristic  $\tau_{uv}$  of Vs There were three kinds of IDT(s) for asking, it is a normal mold electrode altogether, the logarithm of an electrode finger made

the input and the output 64 pairs, and wavelength ( $\lambda$ ) was made into three kinds, 6 micrometers, 8 micrometers, and 10 micrometers. These IDT(s) estimate the SAW filter property of the sample of a table 1, and it is temperature characteristic  $\tau_{uv}$  of Vs. It asked. The result was summarized in a table 2. In addition, in measurement of an SAW filter property, they are YOKOGAWA and a network analyzer by Hewlett Packard Co. HP The probe by cascade MICRO-TEC Co., Ltd. performed using 8510B. In addition, IDT was formed so that the propagation direction of a surface acoustic wave might become the c axis projector of the Rth page of sapphire, and parallel. These results were plotted to drawing 1.  $\tau_{uv}$  It is shown by (2) types and is  $\tau_{uv} = -84.61(\text{kHz}) - 0.2539 + 36.27$ . (2)  
The gap from this curve is 0.21 ppm/degree C at the maximum, and is  $\tau_{uv}$  by (2) types. Having been controlled is shown.

[0018]

[The example 1 of a comparison] It carried out on the conditions shown below with the CVD method using the same equipment as what was used for the example 1. In addition, in No.1 of the example 1 of a comparison, and No.2, the nitrogen gas of 99.9995vol(s) % was used for the ammonia gas of 99.99vol(s) %, and carrier gas as a nitrogen source. In No.3 of the example 1 of a comparison, the ammonia gas of 99.9995vol(s) % and the nitrogen gas of 99.9995vol % were used. Moreover, the reaction forward pressure in No.3 of the example 1 of a comparison is  $1 \times 10^{-2}$  torr like an example 1.

[0019]

Single crystal substrate Rth page of sapphire AlCl<sub>3</sub> Retention temperature 150-degree-C AlCl<sub>3</sub> The amount of distributed gas 25sccm ammonia amount of supply The amount of 5sccm carrier gas 470sccm reaction pressure 100torr reaction forward pressure Using the conditions of  $1 \times 10$  to 1 or more torrs, substrate temperature and reaction time were changed, the AlN thin film was compounded, and the oxygen density in the thickness of the obtained AlN thin film, crystallinity, and an AlN thin film was summarized into a table 3.

[0020] The same polish processing as an example 1 is performed, the same IDT as an example 1 estimates an SAW filter property, and these film is  $\tau_{uv}$ . It asked. The result was summarized in a table 4 and plotted to drawing 9.  $\tau_{uv}$  on the AlN thin film obtained by the example of a comparison so that more clearly than a table 4 and drawing 9 The gap from the curve shown by (2) formulas in this invention is large, and is over degree C in at least 1.00 ppm / . kHz and  $\tau_{uv}$  which are shown by (2) formulas when the oxygen density in an AlN thin film does not satisfy that the crystallinity of 1% or less and an AlN thin film is 0.50 degrees or less from this result Necessarily not fitting functionality is shown.

[0021]

[Example 2] The sapphire C side was used for the single crystal substrate, and also the AlN thin film was compounded by the same approach as an example 1. The conditions used in operation below are listed.

A single crystal substrate A sapphire C side AlCl<sub>3</sub> Retention temperature 140 degrees C AlCl<sub>3</sub> The amount of distributed gas 20sccm The ammonia amount of supply 5sccm(s) The amount of carrier gas N<sub>2</sub> 420sccm(s) H<sub>2</sub> 55sccm(s) Reaction pressure 55torr Reaction forward pressure Using the conditions of  $1 \times 10$  to 2 or more torrs, substrate temperature and reaction time were changed, the AlN thin film was compounded, and the oxygen density in the thickness of the obtained AlN thin film, crystallinity, and an AlN thin film was summarized into a table 5.

[0022] These film evaluates an SAW filter property by the same approach as an example 1 after composition, and is temperature characteristic  $\tau_{uv}$  of Vs. It asked and the result was summarized in a table 6. In addition, the propagation direction of a surface acoustic wave formed IDT so that it might become the a-axis of a sapphire C side, and parallel. The result of a table 6 was plotted to drawing 2.  $\tau_{uv}$  It is shown by (3) types and is  $\tau_{uv} = 7.42(\text{kHz}) - 70.70$ . (3)

The gap from this straight line is 0.62 ppm/degree C at the maximum, and is  $\tau_{uv}$  by (3) types. Having been controlled is shown.

[0023]

[The example 2 of a comparison] It carried out on the conditions shown below with a CVD method

using the same equipment as what was used for the example 2. In addition, in No.1 of the example 2 of a comparison, and No.2, the nitrogen gas of 99.9995vol(s) % was used for the ammonia gas of 99.99vol(s) %, and carrier gas as a nitrogen source. In No.3 of the example 2 of a comparison, the ammonia gas of 99.9995vol(s) % and the nitrogen gas of 99.99995vol % were used. Moreover, the reaction forward pressure in No.3 of the example 2 of a comparison is  $1 \times 10^{-2}$  torr like an example 2.

[0024]

Single crystal substrate Sapphire C side  $\text{AlCl}_3$  Retention temperature 150-degree- $\text{AlCl}_3$  The amount of distributed gas 25sccm ammonia amount of supply The amount of 5sccm carrier gas 470sccm reaction pressure 95torr reaction forward pressure Using the conditions of  $1 \times 10$  to 1 or more torrs, substrate temperature and reaction time were changed, the AlN thin film was compounded, and the oxygen density in the thickness of the obtained AlN thin film, crystallinity, and an AlN thin film was summarized into a table 7.

[0025] The same polish processing as an example 2 is performed, the same IDT as an example 2 estimates an SAW filter property, and these film is tauv. It asked. The result was summarized in a table 8 and plotted to drawing 10. tauv on the AlN thin film obtained by the example 2 of a comparison so that more clearly than a table 8 and drawing 10 The gap from the straight line shown by (3) formulas is large, and is over degree C in at least 1.00 ppm / . kHz and tauv which are shown by (3) formulas when the oxygen density in an AlN thin film does not satisfy that the crystallinity of 1% or less and an AlN thin film is 0.50 degrees or less from this result Necessarily not fitting functionality is shown.

[0026]

[Example 3] The Ath page of sapphire was used for the single crystal substrate, and also the AlN thin film was compounded by the same approach as an example 1. The conditions used in operation below are listed.

A single crystal substrate The Ath page of sapphire  $\text{AlCl}_3$  Retention temperature 140 degrees C  $\text{AlCl}_3$  The amount of distributed gas 20sccm The ammonia amount of supply 5sccm(s) The amount of carrier gas  $\text{N}_2$  425sccm(s)  $\text{H}_2$  50sccm(s) Reaction pressure 50torr Reaction forward pressure Using the conditions of  $1 \times 10$  to 2 or more torrs, substrate temperature and reaction time were changed, the AlN thin film was compounded, and the oxygen density in the thickness of the obtained AlN thin film, crystallinity, and an AlN thin film was summarized into a table 9.

[0027] These film is temperature characteristic tauv of the velocity of propagation [ in / the same approach as an example 1 estimates an SAW filter property after composition, and / 25 degrees C ] Vs and Vs of SAW. It asked about the case where the propagation direction of SAW is two kinds of  $\langle 1, -1, 0 \rangle \text{AlN}$ , and  $\langle 1, 1, 0 \rangle \text{AlN}$ .  $\langle 1, -1, 0 \rangle \text{AlN}$ , and  $\langle 1, 1, 0 \rangle \text{AlN}$  were summarized into a table 10, and the result was summarized in a table 11 about  $\langle 1, 1, 0 \rangle \text{AlN}$ .

[0028] About  $\langle 1, -1, 0 \rangle \text{AlN}$ , it plotted to drawing 11, and the result of the velocity of propagation Vs of SAW was plotted to drawing 12 about  $\langle 1, 1, 0 \rangle \text{AlN}$ . Temperature characteristic tauv About 1, -1, and  $\langle 0 \rangle \text{AlN}$ , it plotted to drawing 3, and the result was plotted to drawing 4 about  $\langle 1, 1, 0 \rangle \text{AlN}$ . In  $\langle 1, -1, 0 \rangle \text{AlN}$ , it is tauv. It is shown by (4) types and is tauv =  $-57.05(\text{kHz}) - 0.4618 + 7.109$ . (4)

The gap from this straight line is 0.9 ppm/degree C at the maximum, and it is shown that tauv was controlled by (4) types.

[0029] In  $\langle 1, 1, 0 \rangle \text{AlN}$ , it is tauv. It is shown by (5) types and is tauv =  $-48.44(\text{kHz}) - 0.5003 + 0.4210$ . (5)

The gap from this straight line is 0.7 ppm/degree C at the maximum, and it is shown that tauv was controlled by (5) types.

[0030]

[The example 3 of a comparison] It carries out on the conditions shown below with a CVD method using the same equipment as what was used for the example 3. In addition, in No.1 of the example 3 of a comparison, and No.2, the nitrogen gas of 99.9995vol(s) % was used for the ammonia gas of 99.99vol(s) %, and carrier gas as a nitrogen source. In No.3 of the example 3 of a comparison, the ammonia gas of 99.9995vol(s) % and the nitrogen gas of 99.99995vol % were used. Moreover, the reaction forward pressure in No.3 of the example 3 of a comparison is  $1 \times 10^{-2}$  torr like an example 3.

[0031]

Single crystal substrate Sapphire C side  $\text{AlCl}_3$  Retention temperature 150-degree- $\text{AlCl}_3$  The amount of distributed gas 25sccm ammonia amount of supply The amount of 5sccm carrier gas 470sccm reaction pressure 100torr reaction forward pressure Using the conditions of  $1 \times 10$  to 1 or more torrs, substrate temperature and reaction time were changed, the AlN thin film was compounded, and the oxygen density in the thickness of the obtained AlN thin film, crystallinity, and an AlN thin film was summarized into a table 12.

[0032] The same polish processing as an example 3 is performed, the same IDT as an example 3 estimates an SAW filter property, and these film is tauv. It asked. The case of  $\langle 1, -1, 0 \rangle \text{AlN}$  was summarized in a table 13, it summarized the case of  $\langle 1, 1, 0 \rangle \text{AlN}$  in a table 14, and the result was plotted to drawing 13 and drawing 14, respectively. tauv on the AlN thin film which in  $\langle 1, -1, 0 \rangle \text{AlN}$  was obtained by the example 3 of a comparison so that more clearly than a table 13 and drawing 13 The gap from the curve shown by (4) formulas is large, and is over degree C in at least 1.00 ppm / . kHz and tauv which are shown by (4) formulas when the oxygen density in an AlN thin film does not satisfy that the crystallinity of 1% or less and an AlN thin film is 0.50 degrees or less from this result Necessarily not fitting functionality is shown. tauv on the AlN thin film obtained by the example 3 of a comparison so that more clearly [ in  $\langle 1, 1, 0 \rangle \text{AlN}$  ] than a table 14 and drawing 14 The gap from the curve shown by (5) formulas is large, and is over degree C in at least 1.00 ppm / . kHz and tauv which are shown by (5) formulas when the oxygen density of an AlN thin film does not satisfy that the crystallinity of 1% or less and an AlN thin film is 0.50 degrees or less from this result Necessarily not fitting functionality is shown.

[0033]

[A table 1]

N o	基板温度	反応時間	膜厚	酸素濃度	結晶性
1	1 2 5 0 °C	3 0 分	1 . 5 9 $\mu\text{m}$	0 . 7 %	0 . 3 6 °
2	1 2 9 0	6 0	3 . 0 2	0 . 8	0 . 2 8
3	1 2 7 0	8 0	4 . 1 1	0 . 5	0 . 2 7
4	1 2 3 0	1 0 0	5 . 0 9	0 . 6	0 . 2 6
5	1 2 6 0	9 0	6 . 1 3	0 . 7	0 . 2 4

[0034]

[A table 2]

N o	k H	$\tau_v$ (ppm/°C)
1	0.999	-48.56
2	1.249	-43.81
3	1.665	-38.00
4	1.898	-35.77
5	2.372	-31.59
6	2.582	-30.00
7	3.163	-27.11
8	3.198	-26.57
9	3.228	-26.21
10	3.851	-23.91
11	3.998	-23.29
12	4.304	-22.21
13	4.814	-19.99
14	5.330	-19.11
15	6.419	-16.71

[0035]

[A table 3]

N o	基板温度	反応時間	膜厚	酸素濃度	結晶性
1	129.0°C	30分	1.37 $\mu$ m	2.0%	0.86°
2	123.0	50	2.66	1.8	0.38
3	121.0	90	4.65	0.9	0.74

[0036]

[A table 4]



N o	k H	$\tau_v$ (p p m / °C)
1	0. 8 6 1	- 4 4. 1 1
2	1. 0 7 6	- 3 5. 9 9
3	1. 4 3 5	- 4 5. 2 2
4	1. 6 7 1	- 4 2. 1 0
5	2. 0 8 9	- 4 5. 2 1
6	2. 7 8 6	- 3 5. 5 1
7	2. 9 2 2	- 2 7. 0 0
8	3. 6 5 2	- 2 1. 5 1
9	4. 8 6 9	- 2 3. 4 4

[0037]

[A table 5]

N o	基板温度	反応時間	膜厚	酸素濃度	結晶性
1	1 2 9 0 °C	3 0 分	1. 1 2 $\mu$ m	0. 7 %	0. 2 8 °
2	1 2 7 0	6 0	2. 9 0	0. 6	0. 3 0
3	1 2 5 0	8 0	3. 1 4	0. 8	0. 3 0
4	1 2 5 0	5 0	2. 7 2	0. 5	0. 2 8

[0038]

[A table 6]

No	kH	$\tau_v$ (ppm/°C)
1	0.704	-65.98
2	0.880	-64.04
3	1.172	-61.38
4	1.709	-58.20
5	1.822	-57.20
6	1.973	-56.11
7	2.136	-54.91
8	2.278	-53.89
9	2.466	-52.48
10	2.848	-49.72
11	3.037	-47.66
12	3.288	-46.54

[0039]

[A table 7]

No	基板温度	反応時間	膜厚	酸素濃度	結晶性
1	1290°C	30分	1.21 $\mu$ m	2.1%	0.82°
2	1230	50	2.36	1.7	0.39
3	1200	90	3.22	0.9	0.78

[0040]

[A table 8]

N o	k H	$\tau_v$ (p p m / °C)
1	0. 7 6 0	- 6 8. 0 2
2	0. 9 5 0	- 5 8. 8 1
3	1. 2 6 7	- 6 8. 1 2
4	1. 4 8 3	- 6 4. 4 4
5	1. 8 5 4	- 4 8. 5 5
6	2. 0 2 3	- 6 0. 0 0
7	2. 4 7 1	- 6 0. 1 5
8	2. 5 2 9	- 4 9. 9 8
9	3. 3 7 2	- 5 0. 1 3

[0041]

[A table 9]

N o	基板温度	反応時間	膜厚	酸素濃度	結晶性
1	1 2 4 0 °C	3 0 分	1. 3 0 $\mu$ m	0. 7 %	0. 2 2 °
2	1 2 9 0	6 0	2. 6 2	0. 6	0. 2 4
3	1 2 6 0	1 2 0	6. 0 9	0. 8	0. 2 3
4	1 2 7 0	3 0	1. 3 3	0. 5	0. 2 2
5	1 2 5 0	5 0	3. 5 7	0. 6	0. 2 5
6	1 2 3 0	1 5 0	4. 9 2	0. 5	0. 2 4

[0042]

[A table 10]

No	kH	$\tau_v$ (ppm/°C)	Vs (m/s)
1	0.817	-55.22	5734
2	1.021	-50.11	5736
3	1.361	-42.57	5751
4	1.646	-38.05	5724
5	2.058	-32.99	5731
6	2.744	-29.29	5749
7	3.826	-23.83	5773
8	4.783	-20.84	5765
9	6.377	-16.78	5748

[0043]

[A table 11]

No	kH	$\tau_v$ (ppm/°C)	Vs (m/s)
1	0.836	-52.11	5860
2	1.044	-47.50	5851
3	1.392	-40.95	5836
4	2.243	-32.01	5775
5	2.803	-27.85	5725
6	3.091	-27.01	5748
7	3.738	-24.55	5732
8	3.864	-24.19	5729
9	5.152	-21.32	5698

[0044]

[A table 12]

No	基板温度	反応時間	膜厚	酸素濃度	結晶性
1	1230°C	60分	2.56 $\mu$ m	3.1%	0.78°
2	1290	120	5.77	0.9	0.69
3	1260	50	2.38	2.8	0.84
4	1240	120	5.98	0.9	0.77

[0045]

[A table 13]

No	kH	$\tau_v$ (ppm/°C)
1	1.808	-49.64
2	2.010	-60.01
3	2.681	-32.26
4	3.625	-35.67
5	4.532	-40.18
6	6.042	-28.50

[0046]

[A table 14]

No	kH	$\tau_v$ (ppm/°C)
1	1.495	-37.11
2	1.869	-43.21
3	2.492	-53.64
4	3.757	-48.26
5	4.697	-22.88
6	6.262	-20.99

[0047]

[Effect of the Invention] If the AlN thin film on the silicon on sapphire by this invention is used, the SAW device by which the temperature characteristic of the velocity of propagation of the surface acoustic wave on this thin film was controlled with a sufficient precision can be obtained.

---

[Translation done.]

\* NOTICES \*

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

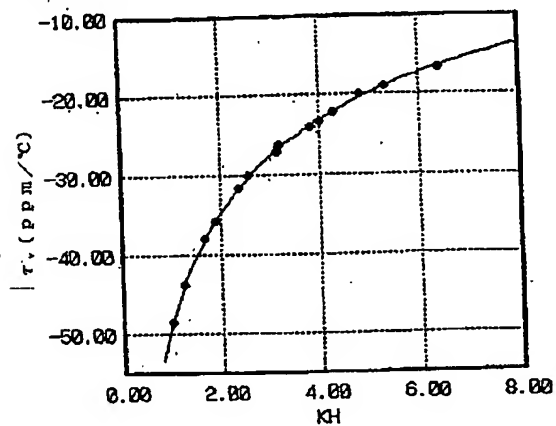
1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

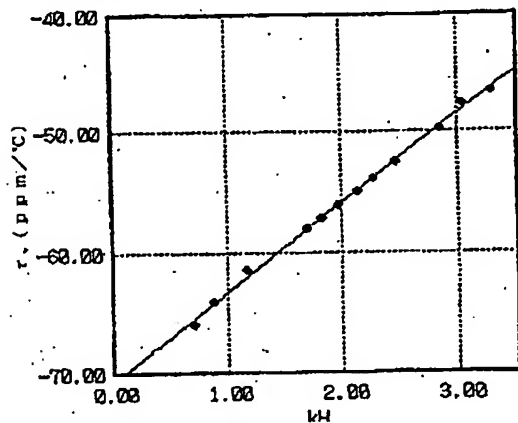
DRAWINGS

---

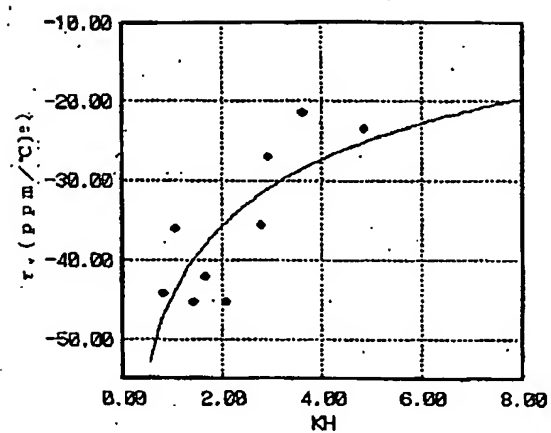
[Drawing 1]



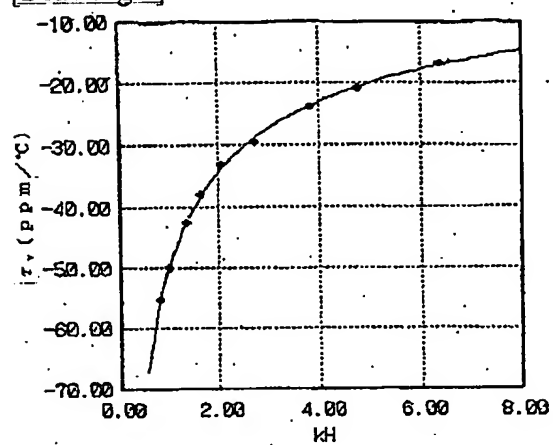
[Drawing 2]



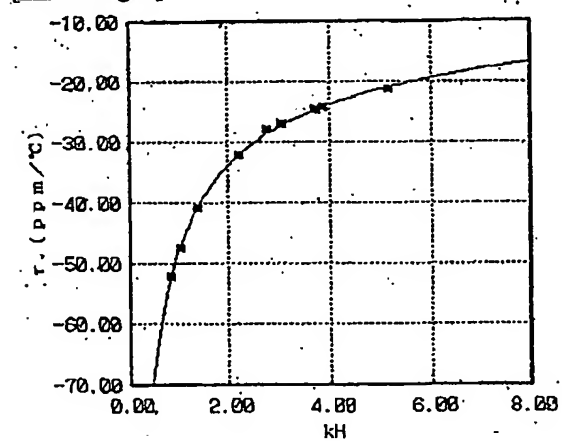
[Drawing 9]



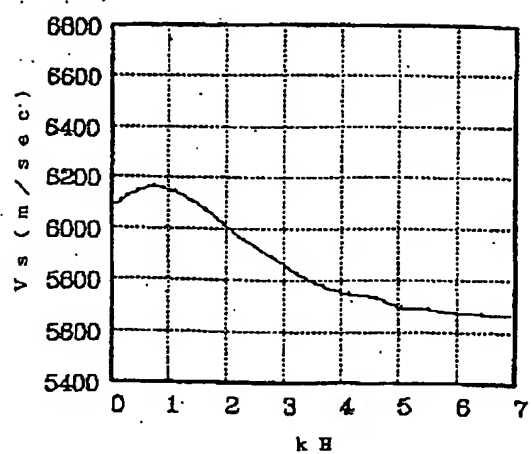
[Drawing 3]



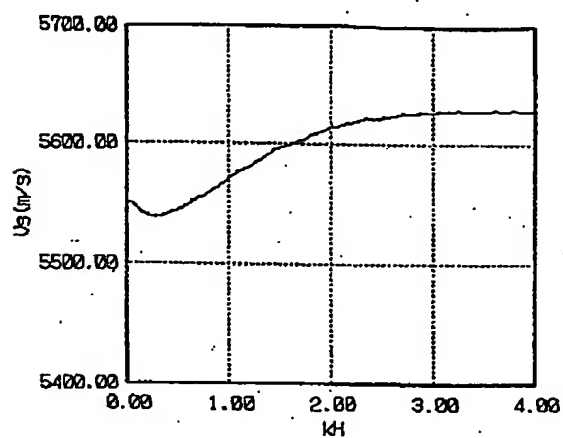
[Drawing 4]



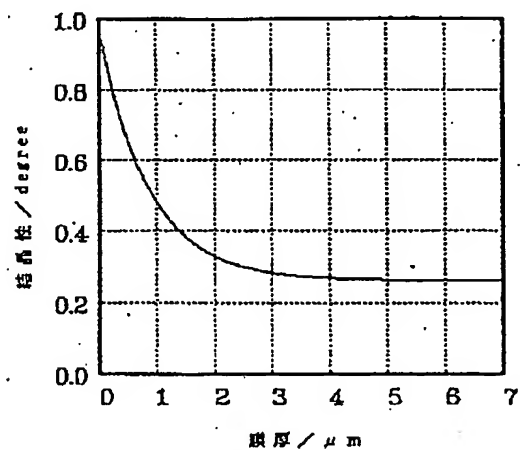
[Drawing 5]



[Drawing 6]

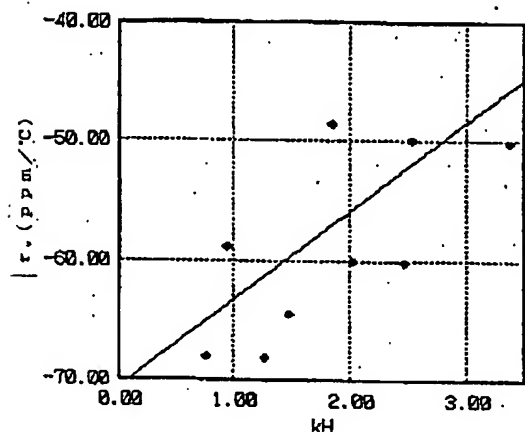


[Drawing 7]

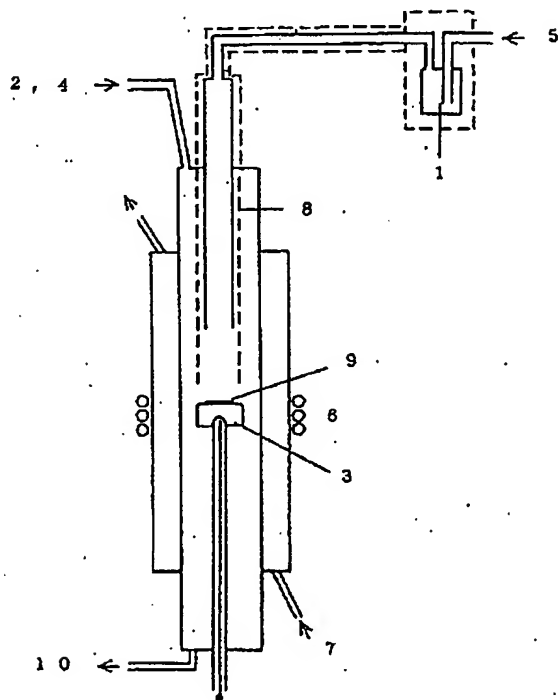


[Drawing 10]

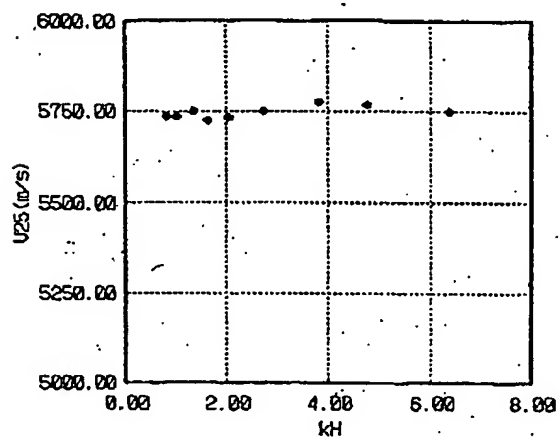




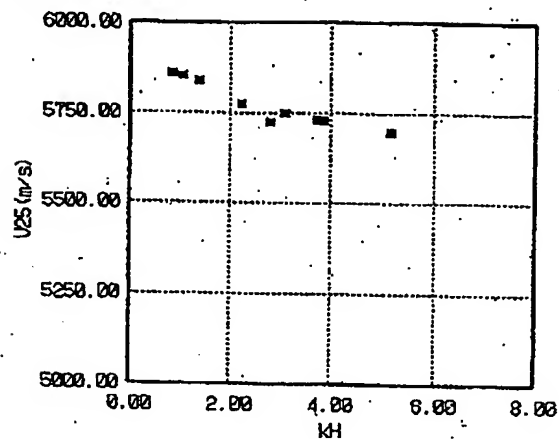
[Drawing 8]



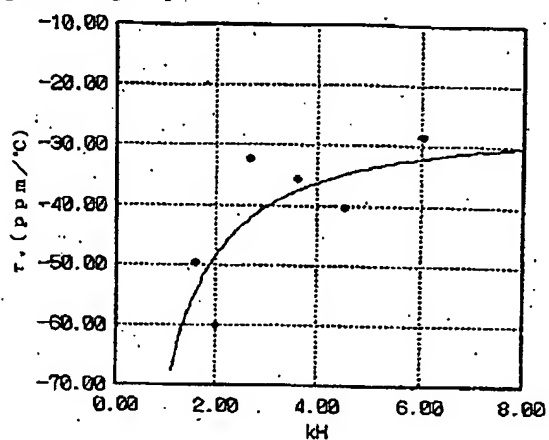
[Drawing 11]



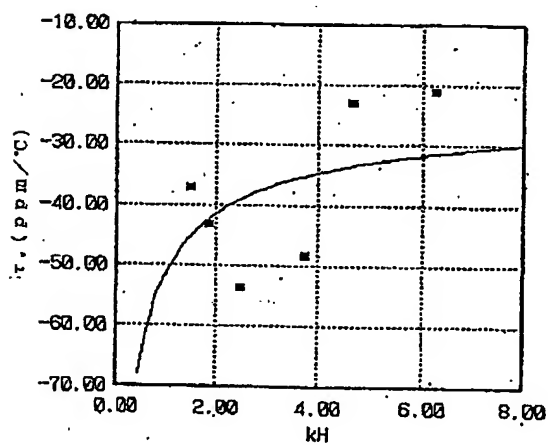
[Drawing 12]



[Drawing 13]



[Drawing 14]



---

[Translation done.]